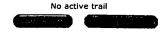
DELPHION



RESEARCH

PRODUCTS INSIDE DELPHION



My Account

Search: Quick/Number Boolean Advanced Derwent

Help

View

<u>Image</u>

1 page

The Delphion Integrated View

Buy Now: PDF | File History | Other choices Tools: Add to Work File: Create new Work File Add View: INPADOC | Jump to: Top Go to: Derwent Email this to a friend

> JP03047841A2: ALKOXYSILYLALKYL GROUP-CONTAINING ଟTitle:

ORGANOPOLYSILOXANE

[Derwent Title]

JP Japan ₽Country:

ଟ Kind: A (See also: JP02722103B2)

OSANAWA TSUTOMU; 8 Inventor:

ONA ISAO:

PAssignee: TORAY DOW CORNING SILICONE CO LTD

News, Profiles, Stocks and More about this company

Published / Filed: **1991-02-28** / 1989-03-24

> **⊗**Application JP1989000072817

Number: 영IPC Code:

® Abstract:

IPC-7: C08G 77/18; C09K 3/18; Priority Number:

1989-03-24 JP1989000072817

PURPOSE: To obtain the title organopolysiloxane providing concrete, mortar, etc., with excellent water repellence of weather resistance and durability, comprising a specific formula containing an alkoxysilylalkyl group and alkyl group of specific number of

carbon atoms in the molecule.

CONSTITUTION: For example, a compound shown by formula I and a compound shown by formula II are subjected to addition reaction to a corresponding methylhydrogen polysiloxane in the

presence of a platinum catalyst to give the aimed

organopolysiloxane comprising formula III, shown by formula IV [R is ≤5C alkyl; R2 is 6-15C alkyl; Q is group shown by formula V (R2 is 2-5C alkylene; R3 is 1-5C alkyl; X is 1-5C alkoxy; a is 2 or 3); A is R, R1 or Q; 1 is 0-500; m is 1-20; n is 0-100 and when n is 0, A at both ends is R1] containing at least one Q and at least two R1 in

one molecule.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

ਊINPADOC Legal Status:

None **Buy Now: Family Legal Status Report**

Show 2 known family members 영Family:

DERABS C91-105913 DERC91-105913

9Other Abstract







Nominate this for the Gallery ...



⑱ 日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

@ 公 開 特 許 公 報 (A) 平3-47841

@Int. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

48公開 平成3年(1991)2月28日

C 08 G 77/18 C 09 K 3/18 NUG 104 6609-4 J 8318-4H

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全7頁)

アルコキシシリルアルキル基含有オルガノポリシロキサン

②特 願 平1-72817

功

20出 願 平1(1989)3月24日

 ⑩発 明 者 長 概

 ⑩発 明 者 小 名

努 千葉県市原市有秋台西1丁目6番地

千葉県君津郡袖ケ浦町久保田2848-46

勿出 願 人 東レ・ダウコーニン

東京都中央区日本橋室町2丁目3番16号

グ・シリコーン株式会

社

明 細 舊

1. 発明の名称

アルコキシシリアルキル基合有オルガ ノポリシロキサン

2. 特許請求の範囲

1. 一般式

$$A \xrightarrow{\begin{pmatrix} R \\ \vdots \\ SiO \end{pmatrix}_{\mathbf{Z}} \begin{pmatrix} R \\ \vdots \\ SiO \end{pmatrix}_{\mathbf{M}} \begin{pmatrix} R \\ \vdots \\ SiO \end{pmatrix}_{\mathbf{M}} \xrightarrow{\begin{pmatrix} R \\ \vdots \\ R^2 \end{pmatrix}_{\mathbf{D}} \begin{pmatrix} R \\ \vdots \\ SiO \end{pmatrix}_{\mathbf{M}} \begin{pmatrix} R \\ \vdots \\ R^2 \end{pmatrix}_{\mathbf{D}} A$$

【式中、Rは同一でも異なってもよい炭素原子数6~15 (R²) 2-a のアルキル基、 Qは式-R²-5i-(X) a (式中、R²は炭素原子数6~15 のアルキル基、 Qは式-R²-5i-(X) a (式中、R²は炭素原子数2~5のアルキレン基、R³は炭素原子数1~5のアルキル基、 X は炭素原子数1~5のアルコキシ基、 a は2 または3 の整数である。)で表わされる基、 A は R, R² および Qから選択される基、 B は O ~ 500の整数、 m は1~20の整数、 n は O ~ 100の整数、 但し、 n が O の場合は 両末端の A が R² 基である。)で表わされる 1 分子中に少なくとも 1 個の Q 基と少

なくとも2個のR^{*}基を有することを特徴とする、 アルコキシシリルアルキル基含有オルガノポリ シロキサン。

- 2. Rがメチル基である、特許請求の範囲第1項 記載のアルコキシシリルアルキル基含有オルガ ノポリシロキサン。
- 3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は、新規なアルコキシシリルアルキル基合有オルガノポリシロキサンに関し、特にはコンクリート、モルタル、スレート、軽量気泡コンクリート等の水硬性無機物に添加して、耐候性、耐久性のある優れた設水性を付与しうる新規なアルコキシシリルアルキル基合有オルガノポリシロキサンに関するものである。

〔従來の技術〕

1分子中に、炭素原子数1~4個のアルキル基と、アルコキシシリルアルキル基を含有するオルガノポリシロキサンは特公昭62-37049に関示されている。

しかしながら、このオルガノポリシロキサンは 天然および合成繊維織物の仕上剤として有効であ るが、本発明の目的とするコンクリート、モルタ ル、スレート、軽量気泡コンクリート等の水硬性 無機物に混和した場合、緩水性が十分でなく、操 水性に優れていても耐候性が膨く、耐久性に劣る という欠点があった。

[発明が解決しようとする課題]

本発明は上記した欠点を解消することを目的とし、水硬性無機物に視和した場合、 耐候性、耐久性のある優れた撥水性を付与しうる新規なアルコキシシリルアルキル基含有オルガノポリシロキサンを提供するにある。

〔課題を解決するための手段とその作用〕 諒記した目的は、

一般式

$$A \xrightarrow{\begin{pmatrix} R \\ Si0 \end{pmatrix}} \begin{pmatrix} R \\ Si0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} R \\ Si0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} R \\ Si0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} Si \\ Si0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} R \\ Si \\ Si \end{pmatrix} A$$

【式中、Rは同一でも異なってもよい炭素原子数

- 3 -

のある極めて優れた撥水性を有するものが得られ ることを見出したのである。

このオルガノポリシロキサンを説明すると、式 中のRはメチル基。エチル基プロピル基などの段 **素原子数1~5までのアルキル基であり、好まし** くはメチル基である。Riはヘキシル基,ヘプチル 益。オクチル基、ノニル基、デシル基。ドデシ ル基などの炭素原子数6~15個のアルキル基で あり、このうち好ましくは炭素原子数6~13個 のアルキル基である。 Q基のR*は - CHュCHュー, $-CH_{2}CH_{2}CH_{2}-$, $-CH(CH_{3})CH_{2}-$, $-(CH_{2})$ —(CH₂)— などで例示される炭素原子数 2 ~ 5 個の アルキレン基であり、好ましくはエチレン基であ る。R³はRと同様の炭素原子数1~5個までのア ルキル基であり、又はメトキシ基,エトキシ基, プロポキシ基,メトキシエトキシ基で例示される **炭操原子数1~5個のアルコキシ基であり、好ま** しくはメトキン益もしくはエトキシ茲である。 a は2または3の整数であるが撥水性の点からぉが 3である方が好ましい。

すなわち、本発明のオルガノポリシロキサンは 1分子中に、Q基であるアルコキシシリルアルキ ル基を少なくとも1個と、R*基である炭素原子数 が6~15個のアルキル基を少なくとも2個有し、 しかもQ基は側鎖に少なくとも1個有するオルガ ノポリシロキサンであり、これを水硬性無機物に 配合することにより、意外にも、耐候性、耐久性

- 4 -

Q基の具体例としては - CH₂CH₃Si(OCH₃)₃,
- CH₂CH₃Si(CH₃)(OCH₃)₃, - CH₃CH₃Si(OC₂H₃)₃,
- CH₂CH₃Si(OCH(CH₃)₂)₃, - (CH₃)₃Si(CH₃)(OC₂H₃)₂,
- (CH₂)₃Si(C₂H₃)(OC₂H₃)₃が挙げられる。

A は R , R * および Q から選択される基であり & は O ~ 500の整数、 m は 1 ~ 20の整数、 n は O ~ 100の整数であるが(但し、 n が O の場合は両末端の A が R * 基)、好ましくは 2 が 5 ~ 200、 m が 1 ~ 10、 n が 1 ~ 50 の範囲である。

本発明のオルガノポリシロキサンの具体例としては、例えば、次のものを挙げることができる。 (以下余白)

(1)
$$CH_{a} = \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 10 \\ CH_{a} \end{pmatrix}_{a=a} \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 10 \\ C_{a} H_{1} \end{pmatrix}_{a=a} \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 10 \\ C_{a} H_{1} \end{pmatrix}_{a=a} \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 10 \\ CH_{a} \end{pmatrix}_{a} Si(CH_{a})_{a}$$

$$Si(CCH_{a})_{a}$$

$$Si(CCH_{a})_{a}$$

(CH₂0)₃Si + CH₂)_E
$$\xrightarrow{\text{CH}_3}_{\text{Si0}}_{\text{CH}_3}$$
 $\xrightarrow{\text{CH}_3}_{\text{Si}}_{\text{CD}_{1,3}}$ $\xrightarrow{\text{CH}_3}_{\text{Si}}_{\text{CD}_{1,3}}$ $\xrightarrow{\text{CH}_3}_{\text{Si}}_{\text{CDH}_3}$ $\xrightarrow{\text{CH}_3}_{\text{Si}}_{\text{CDH}_3}$ $\xrightarrow{\text{CH}_3}_{\text{CDH}_3}_{\text{CDH}_3}$ $\xrightarrow{\text{CH}_3}_{\text{CDH}_3}_{\text{CDH}_3}_{\text{CDH}_3}$

(9)
$$C_{s}H_{s}$$
, $\begin{pmatrix} CH_{s} \\ S10 \\ CH_{s} \end{pmatrix}_{s}$, $\begin{pmatrix} CH_{s} \\ S10 \\ CH_{s} \\ CH_{s} \end{pmatrix}_{s}$, $\begin{pmatrix} CH_{s} \\ S10 \\ CH_{s} \\ CH_{s} \end{pmatrix}_{s}$, $\begin{pmatrix} CH_{s} \\ S10 \\ CH_{s} \\ CH_{s} \end{pmatrix}_{s}$, $\begin{pmatrix} CH_{s} \\ S10 \\ CH_{s} \\ CH_{s} \end{pmatrix}_{s}$

- 7 -

このようにして得られた特定構造のオルガノポ リシロキサンは、特に水硬性無機物に耐候性, 耐 久性のある優れた撥水性を付与しうるものである。 (実施例)

$$C_{s,o} H_{h,s} = \begin{pmatrix} CH_{s} \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ CH_{s} \\ CH_{s} \end{pmatrix} \xrightarrow{s=0} \begin{pmatrix} CH_{s} \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ CH_{s} \\ \vdots & \vdots \\ CH_{s} \\ CH_{s} \end{pmatrix}_{s} \begin{pmatrix} CH_{s} \\ \vdots & \vdots \\ CH_{s} \\ CH_{s} \\ \vdots & \vdots \\ CH_{s} \end{pmatrix}_{s} - (CH_{o})_{s} - Si(OCH_{s})_{s}$$

$$Si(OCH_{s})_{s}$$

(CH₂)₂Si0
$$\xrightarrow{CH_3}$$
 \xrightarrow{SI} $\xrightarrow{CH_3}$ \xrightarrow{SI} $\xrightarrow{$

本発明のオルガノポリシロキサンの製造方法としては、例えば、上記の式(1)の場合、対応するメチルハイドロジェンポリシロキサンに、CH_a=CHSi(OCH_a)_aCH_aを白金系触媒の存在下で付加反応させることによって得られる。同様にして式筒の場合、対応するメチルハイドロジェンポリシロキサンに、(CH_a=CH)(CH_a)Si(OC_aH_a)_aとCH_a=CH(CH_a)_aCH。を付加反応させることによって得られる。

また、例えば、式口の場合、先ず、H-SiO Si-H CH, CH,

- 8 -

次に、本発明を実施例により説明する。なお、 粘度、屈折率、比重の値は25℃での測定値である。 実施例 1

$$(CH_{\bullet})_{\bullet}Si0 \xrightarrow{CH_{\bullet}} Si0 \xrightarrow{1}_{10} Si(CH_{\bullet})_{\bullet}$$
 (1)

で示されるメチルハイドロジェンポリシロキサン(I)を合成した。

別に準備した還流冷却管を備えた 300m2の3つ ロフラスコに、上記のメチルハイドロジェンポリ シロキサン(J)39.01gをとり、 これにピニルト リメトキシシラン15.14gと CH₃=CH(CH₂),CH₃を 45.85gおよび塩化白金酸を全盤に対し15ppm加え、 .95~100℃で4時間保持して付加反応させた。 次 いで、130~135℃に昇温し、15~20torrの減圧下で処理して、粘度81.5センチストークス,屈折率1.4388,比重0.832を有する油状物を得た。 このものは赤外線分光分析 (IR) および核磁気共鳴分析 (NMR) の結果、式

$$(CH_{a})SiO \xrightarrow{\begin{array}{c} CH_{a} \\ SiO \\ (CH_{a})_{2} \end{array}} \begin{array}{c} CII_{a} \\ SiO \\ (CH_{a})_{a} \end{array} = Si(CH_{a})_{a}$$

$$(A)$$

$$CII_{a} \qquad Si(OCII_{a})_{a}$$

で示されるオルガノポリシロキサン(A) であることが確認された。

赤外線吸収スペクトル分析

2900cm⁻¹ C-H(メチル基,メチレン基)伸縮級動(強度大)

1260cm-1 Si-Clla

変 角 振 動 (強度大)

1100cm -1 Si-0-Si

変 角 振 動(強度大)

800cm -1 Si-CH₂

変 角 振 励 (強度大)

核磁気共鳴スペクトル分析

 $\delta = 0.1ppm$

Si-CH.

=0.5ppm

Si-CH,R (Si結合メチレン)

=0.9ppm

、、、、、 CH。(アルキル末端メチル)

- 11 -

赤外線吸収スペクトル分析

2900cm-1 C-H(メチル払,メチレン基)伸縮援動(強度大)

1260cm -1 Si-CH,

変 角 撮 動(強度大)

1100cm -1 Si-0-Si

変 角 振 動(強度大)

800cm -1 Si-CH₂

変 角 振 動 (強度大)

核磁気共鳴スペクトル分析

 $\delta = 0.1 \text{ppm}$

Si-CH_a

= 0.5ppm

Si-CF_aR (Si結合メチレン)

=0.9ppm

、、、、、 Cii。(アルキル末端メチル)

=1.3ppm

−CH₂− (アルキルメチレン)

= 3.5ppm Si-OCH,

実施例3

=1.3ppm

-CH₂-- (アルキルメチレン)

=3.5ppm

Si-OCII,

実施例2

遠流冷却管を備えた300配の3つロフラスコに、 実施例1で合成したメチルハイドロジエンポリシ ロキサン(1)38.84gをとり、 これにピニルトリ メトキシシラン17.10gと CH₂=CH(CH₂)₂CH₂を 44.06gおよび塩化白金酸を全量に対し15pp=加え、 次いで、95~100℃で4時間保持して付加反応さ せた。次いで、130~135℃に昇進し、15~20torr の減圧下で処理して、粘度73.6センチストークス。 屈折率1.4362,比重0.927を有する油状物を得た。 このものはIRおよびNMRによる分析の結果、 式

$$(CH_{a})Si0 = \begin{pmatrix} CH_{a} \\ Si0 \\ (CH_{z})_{s} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} CH_{3} \\ Si0 \\ (CH_{a})_{z} \end{pmatrix} = Si(CH_{a})_{s}$$

$$(B)$$

$$(CH_{a})Si(CH_{a})_{s}$$

$$(CH_{a})Si(CH_{a})_{s}$$

で示されるオルガノポリシロキサン(B)であることが確認された。

- 12 -

$$(CH_{\bullet})_{\bullet}SiO \xrightarrow{\begin{array}{c} CH_{\bullet} \\ SiO \\ CH_{\bullet} \end{array}} \underbrace{\begin{array}{c} CH_{\bullet} \\ SiO \\ CH_{\bullet} \end{array}}_{12} \xrightarrow{\begin{array}{c} CH_{\bullet} \\ SiO \\ H \end{array}} - Si(CH_{\bullet})_{\bullet} \qquad (\Pi)$$

で示されるジメチルシロキサン単位とメチルハイ ドロジェンシロキサン単位を有するオルガノポリ シロキサン共重合体(II)を合成した。

別に準備した選流冷却臂を備えた 300畝の3つロフラスコに、上記で合成したオルガノポリシロキサン共重合体(II)62.56gをとり、 これにピニルメチルジエトキシンラン13.61g,

CH₂ = CH(CH₂)₄CH₃ を 23.82 g および塩化白金酸を全量に対し16ppmを加え、105~110℃で 4 時間加熱して付加反応させた。次いで、135~140℃に昇温し、10~15torrの減圧下で処理して、粘度 57.8センチストークス,屈折率1.4251, 比重0.958を有する油状物が得られた。このものは I R および N M R による分析の結果、式

(以下 余白)

$$(CH_{a})_{a}SLO = \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 100 \\ CH_{a} \end{pmatrix}_{1:a} \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 100 \\ CH_{a} \end{pmatrix}_{2} \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 100 \\ CH_{a} \end{pmatrix}_{3} SL(CH_{a})_{3} \quad (CH_{a})_{4} \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 100 \\ CH_{a} \end{pmatrix}_{4} \begin{pmatrix} CH_{a} \\ 100$$

で示されるオルガノポリシロキサン(C)であるこ とが確認された。

赤外線吸収スペクトル分析

2900cm-3 C-H(メチル基,メチレン基)伸縮振動(強度大)

1260cm -1 Si-CH.

変 角 揺 動 (強度大)

1100cm⁻¹ Si-0-Si

変 角 摄 動 (強度大)

800cm-1 Si-CH.

変 角 振 動 (強度大)

核磁気共鳴スペクトル分析

 $\delta = 0.1ppm$

S-CH.

=0.5ppm

Si-CitaR (Si結合メチレン)

=0.9ppm

~~~ Cil, (アルキル末端メチル)

=1.2ppm

Si-OCII。CII。(エトキシ茲のメチル)

-CH.- (アルキルメチレン)

=1.3ppm =3.7ppm

Si-OCH CH (エトキシ基のメチレン)

# 英施例 4

還流冷却管を備えた 300配の3つロフラスコに、

- 15 -

#### 核磁気共鳴スペクトル分析

 $\delta = 0.1ppm$ 

Si-CH.

=0.5ppm

Si-CH<sub>z</sub>R (Si結合メチレン)

= 0.9ppm

、、、、、、 CH。(アルキル末端メチル)

=1.3ррш

-CH<sub>4</sub>- (アルキルメチレン)

=3.5ppm

Si-OCH,

# 実施例5

還流冷却管を備えた 500歳の3つロフラスコに ビニルトリメトキシシラン148.2gを仕込み、 60 ℃に昇温してから塩化白金酸2重量%のイソプロ CH, CH, H-Si-0-Si-8 ピルアルコール溶液0.15gを加え、 ĊН- ĊН-の51.8gを滴下した。 100℃で 2 時間付加反応さ せた後140℃,15torrで滅圧蒸溜して、式

$$CH_{3}$$
  $CH_{3}$   $C$ 

で示される末端封顧剤(耳)を得た。.

次に、遠流冷却管を備えた 300㎡の3つロフラ スコに、テトラメチルテトラハイドロジェンシク

実施例 3 で合成したオルガノポリシロキサン共重 合体(Ⅱ)を59.80gとり、 これにビニルトリメト キシンラン6.02g, CH。= CH(CH2), CH。を34.18g, 塩化白金酸を全量に対し16ppaを加え、95~100℃ で 4 時間加熱して付加反応させた。 次いで、130 ~135℃に昇温し、 10~15torrの減圧下で処理し て、粘度66.3センチストークス, 屈折率1.4289, 比重0.961を有する油状物が得られた。 このもの はIRおよびNMRによる分析の結果、式

$$(CH_a)_a S10 - \begin{pmatrix} CH_a \\ S10 \\ CH_x \end{pmatrix}_{3.2} \begin{pmatrix} CH_a \\ S10 \\ (CH_a)_a \end{pmatrix}_{4} \begin{pmatrix} CH_a \\ S10 \\ (CH_a)_a \end{pmatrix}_{4} \begin{pmatrix} CH_a \\ S10 \\ (CH_a)_a \end{pmatrix}_{5} S1(CH_a)_{5}$$

$$(D)$$

$$(CH_a)_a S1(CH_a)_{5} S1(CH_a)$$

で示されるオルガノポリシロキサン(D)であるこ とが確認された。

#### 赤外線吸収スペクトル分析

2900cm-1 C-H(メチル基,メチレン基)伸縮振動(強度大)

1260cm -1 Si-CH,

変 角 振 勘 (強度大)

1100cm -1 Si-0-Si

変 角 掘 動 (強度大)

800cm -1 Si-CH2

変 角 振 動(強度大)

- 16 -

ロテトラシロキサン71.53g と上記で合成した末 蟾封顧剤(皿) 28.47gおよび触媒としてトリフロ ロメタンスルホン酸0.02gを加え60℃で4時間重 合した。中和剤として炭酸カルシウムを4g加え、 濾過して、式

$$\frac{\text{CH}_{3}}{(\text{CH}_{3}0)_{3}}\text{Si} - \frac{\text{CH}_{3}}{\text{CH}_{3}} \frac{\text{CH}_{3}}{\text{Si}0} - \frac{\text{CH}_{3}}{\text{Si}0} \frac{\text{CH}_{3}}{\text{Si}} - \frac{\text{CH}_{3}}{\text{CH}_{3}} \frac{\text{CH}_{3}}{\text{CH}_{3}} \frac{\text{CH}_{3}}{\text{Si}} - \frac{\text{CH}_{3}}{\text{CH}_{3}} \frac{\text{CH}_{3}$$

のオルガノポリシロキサン(IV)を得た。

次に、環流冷却管を備えた 300型の3つロフラ スコに、上記で得たオルガノポリシロキサン(N) を41.97gとり、ビニルトリメトキシシラン8.22g, CH2 = CH(CH2), CH, を49.81gおよび塩化白金酸を全 量の15ppm加え、115℃で3時間付加反応させた。 次いで、130℃,15torrで減圧処理した後冷却し、 粘度210.5センチストークス, 屈折率1.4422, 比 重0.920の油状物が得られた。 このものはIRお よびNMRによる分析の結果、式

$$\begin{array}{c} (CH_{a}0)_{\frac{1}{a}} \cdot Si \cdot (CH_{a})_{\frac{1}{a}} \cdot Si0 \cdot \begin{pmatrix} CH_{a} \\ \vdots \\ CH_{b} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} CH_{a} \\ \vdots \\ CH_{a} \end{pmatrix}_{\frac{1}{a}} \cdot Si0 \cdot \begin{pmatrix} CH_{a} \\ \vdots \\ CH_{a} \end{pmatrix}_{\frac{1}{a}} \cdot \begin{pmatrix} CH_{a}$$

で示されるオルガノポリシロキサン(E)であることが確認された。

### 赤外線吸収スペクトル分析

2800cm<sup>-1</sup> C-H(メチル基,メチレン基)伸縮摄動(強度大)

1260cm -1 Si-CH,

変 角 揺 動 (強度大)

1100cm - Si-0-Si

変 角 摄 動 (強度大)

800cm -1 Si-CH.

変 角 抵 動 (強度大)

#### 核磁気共鳴スペクトル分析

8 = 0.1ppm

S-CH.

=0.5ppm

Si-CHaR (Si粕合メチレン)

=0.9ppm

^^^^ CH。(アルキル末端メチル)

= 1.3ppm

ーCH。- (アルキルメチレン)

= 3.5ppm

S1-OCH.

- 19 -

の川砂66.7重量部をホバートミキサ型の温線機で2分間空線りした後、水18.3重量部を加え、3分間混練してから上記のオルガノポリシロキサン(A)を1.0重量部添加して、さらに5分間混練ないた。この混練物を100×100×8 mmのステンレレをの型枠に打ち込み、25℃で65%の湿度の部風度の印度を設定した後に対した。さらに室温で10日間放変した後に和界面科学機製接触角計(コンタクタ液を試験片上に蒋下させ、30秒後の接触角を求めた。同様にして製作した試験片をサンシャイン型で1時間転換し、50℃の対触角をサンシャイン型で1時間転換し、50℃の対触角を

同様にして、オルガノポリシロキサン(B)~ (I)を添加した試験片を作製して各々接触角を求めた結果を第1 扱に示す。

#### 実施例6

撥水性試験として、実施例1~5で製造した (A)~(E)のオルガノポリシロキサンと、比較例 として次のオルガノポリシロキサンを準備した。

$$(CH_{\bullet})_{\bullet}S10 \xrightarrow{\begin{array}{c} CH_{\bullet} \\ S10 \\ CH_{\bullet} \end{array}} Si(CH_{\bullet})_{\bullet}$$
 (F)

$$(CH_2)_2SLO \xrightarrow{\begin{pmatrix} CH_3 \\ SLO \\ -1 \\ CH_3 \end{pmatrix}_a \begin{pmatrix} CH_3 \\ -1 \\ SLO \\ -1 \\ -1 \\ SL(OCH_3)_a \end{pmatrix}} SL(CH_2)_3$$
(G)

$$(CH_{3})_{3}S10 \xrightarrow{CH_{3}} (CH_{2})_{3} \xrightarrow{CH_{3}} (CH_{2})_{3} \times (CH_{2})_{3} \times$$

$$(CH_{9})_{9}Si0 \xrightarrow{\begin{pmatrix} CH_{9} \\ S10 \\ CH_{2} \end{pmatrix}_{29}} \begin{pmatrix} CH_{9} \\ S10 \\ (CH_{x})_{9} \end{pmatrix}_{2} \xrightarrow{\begin{pmatrix} CH_{9} \\ S10 \\ (CH_{x})_{9} \end{pmatrix}_{2}} \begin{pmatrix} CH_{9} \\ S10 \\ (CH_{2})_{x} \end{pmatrix}_{2} Si(CH_{9})_{9} \qquad (I)$$

ポルトランドセメント33.3重量部と渡良瀬川産

- 20 -

第 1 表

|     | オルガノポリ<br>シロキサン | 接触角(8)    |              |
|-----|-----------------|-----------|--------------|
|     |                 | ウエザーメータ照射 | ウエザーメータ照射    |
|     |                 | 0時間       | 450計图        |
| 本発明 | (A)             | 135.5     | 127.1        |
|     | (B)             | 133.3     | 122.9        |
|     | (C)             | 134.9     | 125.1        |
|     | (D)             | 131.2     | 124.6        |
|     | (E)             | 138.2     | 130.1        |
| 比較例 | (F)             | 91.0      | 56.6         |
|     | (G)             | 110.5     | 71.3         |
|     | (H)             | 112.6     | 82.5         |
|     | (1)             | 0         | _            |
|     | 無添加             | 0         | <del>-</del> |

## (発明の効果)

本発明のアルコキシシリルアルキル基含有オルガノポリシロキサンは1分子中に少なくとも1個のアルコキシシリルアルキル基(1個のみの場合は倒頻に結合)と炭素原子数6~15個のアルキル基を少なくとも2個有するオルガノポリシロキサンであり、特には、コンクリート、モルタル、スレート、軽量気泡コンクリートの水硬性無機物等

に耐候性、耐久性のある優れた撥水性を付与する 用途に有用である。

# 手続補正魯(方式)

平成2年 8月 3日

特許庁長官 植松 敏 殿

適

特許出願人 トーレ・シリコーン株式会社

1. 事件の表示

平成 1年特許顾第72817号

2. 発明の名称

アルコキシシリルアルキル基含有オルガノポリシロキサン

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

郵便署号 103

住所 東京都中央区日本橋室町二丁目3番16号

名称 東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社

代表者 森中 芷巳

(連絡先 電話0438-21-3101特許部)



4. 補正命令の日付 (発送日) 平成2年8月28日

5. 補正の対象

明細書の「発明の名称」の概

6. 補正の内容

明細書の第1頁「発明の名称」

「アルコキシシリアルキル基含有オルガノポリシロキサン」を 「アルコキシシリルアルキル蒸含有オルガノポリシロキサン」

と補正する。

- 23 -

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載 【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成9年(1997)1月14日

【公開番号】特開平3-47841

【公開日】平成3年(1991)2月28日

【年通号数】公開特許公報3-479

【出願番号】特願平1-72817

【国際特許分類第6版】

C08G 77/18

C09K 3/18 104

(FI)

C08G 77/18 NUG 7729-43 C09K 3/18 104 8318-4H

# 手続補正書

特許庁長官 清川 佑二

1. 事件の表示

平成1年特許加第72817号

2. 発明の名称

アルコキシシリルアルキル基含有オルガノボリシロキサン

3. 植正をする者

特許出版人 事件との関係 郵便费号 103

東京都中央区日本橋室町二丁目3番16号 住所

東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社 名称

飯塚 公二

代数者 職職 公二 (連絡先 電話 0436-21-3101 特許師)

4. 植正の対象

明和書の「希明の詳細な説明」の欄

5. 補正の内容

(1)明細書の第14頁末行~第15頁下から第16行に記載の

「式・・・・で示されるオルガノポリシロキサン(C)」を

**特社会** 

で示されるオルガノポリシロキサン(C)」と補正する。

(2)明練客の第16頁第9行~同頁下から第7行に記載の

「式・・・・で示されるオルガノポリシロキサン(D)」を 戊

$$C\Pi_{a})_{a}Si0 \leftarrow \begin{pmatrix} CI_{b} \\ -Si0 \\ -Si(CI_{b})_{a} \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} CI_{b} \\ -Si0 \\ -Si0 \\ -Si(CI_{b})_{a} \end{pmatrix} \times Si(CI_{b})_{a} \quad (D)$$

で示されるオルガノポリシロキサン(D)」と補正する。

(3)明細書の第20頁第4行~同資末行に記載の

「準備した。・・・・・・・・ボルトランドセメント」を

「準備した。

$$(Cl_{a})_{a}SjO \xrightarrow{Cl_{b}}_{SiO} \frac{Cl_{b}}{l_{col_{a}}} Sj(Cl_{b})_{a}$$
 (F)

$$(Gl_{2})_{s}Si0 \longrightarrow \begin{pmatrix} Gl_{3} \\ Si0 \\ Si0 \\ Cl_{3} \end{pmatrix}_{s} \begin{pmatrix} Gl_{3} \\ Si0 \\ Cl_{3} \\ Cl_{3} \end{pmatrix}_{s} \begin{pmatrix} Gl_{3} \\ (Gl_{2})_{2} \\ Si (GGl_{3})_{3} \\ (Gl_{3})_{3} \end{pmatrix}_{s} \begin{pmatrix} Gl_{3} \\ Si0 \\ Cl_{3} \\ Si (GGl_{3})_{3} \\ (Gl_{3})_{3} \end{pmatrix}_{s} \begin{pmatrix} Gl_{3} \\ Si0 \\ Si0 \\ Si (GGl_{3})_{3} \\ (Gl_{3})_{3} \end{pmatrix}_{s} \begin{pmatrix} Gl_{3} \\ Si0 \\ Si0 \\ Si (GGl_{3})_{3} \\ (Gl_{3})_{3} \end{pmatrix}_{s} \begin{pmatrix} Gl_{3} \\ Si0 \\ Si0 \\ Si0 \\ Cl_{3} \\ Si0 \\ (Gl_{3})_{3} \end{pmatrix}_{s} Si (Gl_{3})_{3} \begin{pmatrix} Gl_{3} \\ Si0 \\ Si0 \\ Si0 \\ Cl_{3} \\ Si0 \\ Cl_{3} \\ Cl_{3} \\ Si0 \\ Cl_{3} \\ Cl_{3} \\ Cl_{3} \\ Si0 \\ Cl_{3} \\ Cl_{4} \\ Cl_{3} \\ Cl_{3} \\ Cl_{4} \\ Cl_{5} \\ Cl_{5}$$